

ZEISS
SPECORD M 80/M 85

Programmkassette
MULTICOMPONENT
ANALYSIS

Gebrauchsanleitung

Инструкция по эксплуатации

Operating instructions

Mode d'emploi

Instrucciones para el uso

ZEISS
SPECORD M 80/M 85

Programmkassette
MULTICOMPONENT ANALYSIS

Gebrauchsanleitung

Инструкция по эксплуатации

Operating instructions

Mode d'emploi

Instrucciones para el uso

1. Daten

Speicher:
6 K Byte PROM für Sonderprogramme

Programminhalt:

- Bestimmung der Schichtdicke von Küvetten durch automatisches Ausmessen der Interferenzen, die beim Messen einer leeren Küvette gegen Luft aufgezeichnet werden; Dickenmessung von Folien sowie Bestimmung dünner Schichten

- Mehrkomponentenanalyse
  Quantitative Bestimmung der einzelnen Komponenten eines aus maximal 6 bekannten Komponenten bestehenden Probengemischs:

1. Messung der Extinktion jeder isoliert vorliegenden Komponente bekannter Konzentration C (Wertebereich $10^{-8} \leqq C \leqq 10^{6}$) und Schichtdicke d (Wertebereich $0{,}001 \leqq d \leqq 3000$) an maximal 6 Meßwellenzahlen mit anschließender Berechnung der Extinktionskoeffizienten; Messung der Extinktion einmal oder zyklisch mit Berechnung des Mittelwertes und der Standardabweichung des Extinktionskoeffizienten;
   Auswahl der Untergrundkorrektur:
   AUTO ZERO-Korrektur (Ein-Punkt-Korrektur) an der Meßwellenzahl,
   Zwei-Punkte-Korrektur zur Ermittlung der Extinktionsdifferenz zwischen Meßwellenzahl und einer Bezugswellenzahl (lineare Basiskorrektur parallel zur Abszisse),
   Drei-Punkte-Korrektur zwischen Meßwellenzahl und zwei Bezugswellenzahlen (lineare Basiskorrektur).

2. Eingabe der Extinktionskoeffizienten zur Lösung des linearen Gleichungssystems

$$E_j = d \sum_i \varepsilon_{ij} C_i$$

3. Messung der Extinktion des Probengemischs bei bekannter Schichtdicke an allen Meßwellenzahlen mit anschließender automatischer Berechnung der Konzentration jeder Komponente; Messung der Extinktion einmal oder zyklisch mit Berechnung des Mittelwertes der Konzentration und der Standardabweichung

Abmessungen der Kassette: 170 mm x 30 mm x 135 mm

Masse: 400 g

2. Beschreibung der Funktion

2.1. Allgemeines

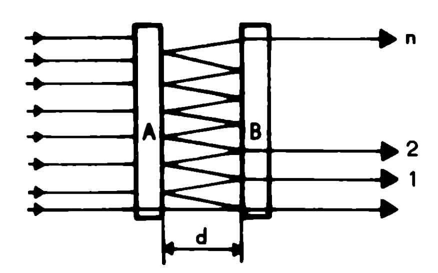
Die Programmkassette MULTICOMPONENT ANALYSIS ist eine Ergänzungseinrichtung zu den Spektralphotometern SPECORD M 80 und SPECORD M 85 in der Ausrüstungsvariante mit Drucker und Leiterplatte "8 K Byte Meßwertspeicher". Mit der Kassette können durch einen automatischen Meß- und Berechnungsablauf Mehrkomponentengemische mit maximal 6 Komponenten quantitativ analysiert, d. h. die Konzentration ihrer einzelnen Komponenten berechnet werden.
Die Kassette ermöglicht die exakte Bestimmung der wirksamen Schichtdicke der zur quantitativen Messung verwendeten Küvetten durch automatisches Ausmessen der Interferenzen, die beim Messen der Transmission einer leeren Küvette gegen Luft aufgezeichnet werden. Auch die Dicke von Folien und dünnen Schichten kann auf diese Weise bestimmt werden.
Werden die Kassettenprogramme nicht aufgerufen, kann die Kassette im SPECORD verbleiben, da auch bei gesteckter Kassette alle Funktionen des SPECORD-Grundgerätes gewahrt bleiben.

2.2. Programminhalt

Die Programmkassette MULTICOMPONENT ANALYSIS beinhaltet 4 Sonderprogramme (im folgenden SOP genannt), die die Adressen 4.00, 4.10, 4.20 und 4.21 besitzen.

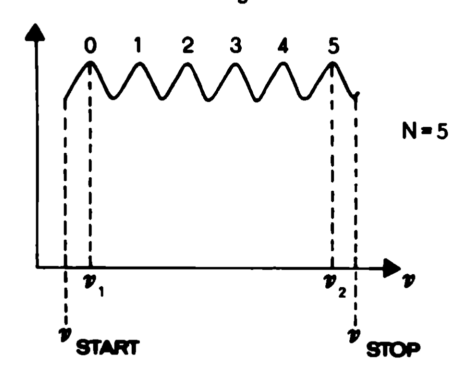
SOP 4.00 Bestimmung der Schichtdicke (PATHLENGTH)

Das SOP 4.00 ist für jede quantitative Analyse notwendig. Die Schichtdicke von Küvetten, wie sie in der IR-Spektralphotometrie verwendet werden, beträgt in der Mehrzahl der Anwendungen 0,02 bis 1,0 mm. Die exakte Bestimmung dieser Schichtdicken kann durch Ausmessen der Interferenzen, die beim photometrischen Messen der Transmission einer leeren Küvette gegen Luft aufgezeichnet werden, erfolgen.



Fällt kohärentes, monochromatisches Licht durch das Küvettenfenster A und die Luftschicht der Dicke d auf das Küvettenfenster B, so wird an B ein Teil des Lichtes reflektiert. Da die Reflexion an einem optisch dichteren Medium erfolgt, tritt hier ein Phasensprung von $\lambda/2$ auf. Ein Teil dieses reflektierten Lichtes durchstrahlt A und geht für die Messung verloren, während ein anderer Teil an A reflektiert wird. Dabei tritt wieder ein Phasensprung von $\lambda/2$ auf. Ein Teil dieses Lichtes passiert das Küvettenfenster B, der restliche wird erneut reflektiert. B wird demzufolge von Licht passiert, das nicht reflektiert wurde und von Licht, das 1, 2 ... n-mal reflektiert worden ist. Das die Küvette passierende, nicht reflektierte Licht wird

von reflektiertem Licht dann verstärkt, wenn dessen Wellenlänge multipliziert mit der Zahl der Reflexionen, der doppelten Dicke d entspricht. Wird die Intensität des Lichtes in Abhängigkeit von der Wellenzahl gemessen und registriert, erhält man einen Wellenzug mit Maxima und Minima:



Zwischen der Schichtdicke d (cm), der Zahl der Reflexionen r und der Wellenlänge (cm) gilt

$$\frac{2\,d}{\lambda} = r \qquad \frac{1}{\lambda} = \nu$$

$$2\,d\,\nu = r$$

Bei der Registrierung der Reflexionen über einen Wellenzahlbereich ν_1 bis ν_2 ($\nu_1 > \nu_2$) ist die Anzahl der Reflexionen bei ν_1 gleich r + N und bei ν_2 gleich r:

$$2\,d\,\nu_1 = r + N \text{ und } 2\,d\,\nu_2 = r\,.$$

Die Schichtdicke d der Küvette ergibt sich dann aus

$$d = \frac{N}{2\,(\nu_1 - \nu_2)}$$

Auf der Registrierung ist ν_1 die Wellenzahl mit dem ersten im Registrierbereich liegenden Maximum, ν_2 die Wellenzahl mit dem letzten im Registrierbereich liegenden Maximum. Bedingung ist dabei, daß $\nu_1 < \nu$-START und $\nu_2 > \nu$-STOP sind. um zu sichern, daß bei ν_1 und ν_2 auch echte Maxima

vorliegen, N ist die Anzahl der Maxima, beginnend mit
$N = 0$ bei ν_1.
Bei der Messung der Interferenzen muß die Küvette leer sein, da nur für Luft der Brechungsindex $n = 1$ beträgt.
Bei der Bestimmung der Dicke dünner Schichten muß der Brechungsindex n des Schichtenmaterials bekannt sein, da er in die Berechnung der Schichtdicke mit eingeht:

$$d = \frac{N \cdot n}{2\,(\nu_1 - \nu_2)}$$

SOP 4.10 / 4.20 / 4.21 Mehrkomponentenanalyse

Mit der Kassette MULTICOMPONENT ANALYSIS kann durch automatischen Meß- und Berechnungsablauf ein Mehrkomponentengemisch mit maximal 6 Komponenten quantiativ analysiert, d. h. die Konzentrationen seiner Komponenten berechnet werden.
Die Berechnung erfolgt auf der Basis folgender Voraussetzungen:

- Es ist bekannt, welche Komponenten im Gemisch enthalten sind.
- Es sind nur so viele Komponenten im Gemisch enthalten, wie bestimmt werden sollen.
- Zur Bestimmung der Extinktionskoeffizienten liegen alle Komponenten isoliert in reinem Zustand vor.
- Alle Komponenten verhalten sich bei den zur Analyse ausgewählten Wellenzahlen (Meßwellenzahlen) linear im Sinne des Lambert-Beerschen Gesetzes.
- Die Extinktionen der Komponenten addieren sich bei den Wellenzahlen.

Für die Mehrkomponentenanalyse müssen ebenso viele Meßwellenzahlen ausgewählt werden wie Komponenten im Gemisch enthalten sind.
Dazu sollten die Extinktionskurven der reinen Komponenten übereinander registriert und für jede Komponente als Meßwellenzahl die Wellenzahl desjenigen Peaks genommen werden, bei dem die Beeinflussung durch die Extinktionskurve der

anderen Komponenten am geringsten ist.
Unter der Voraussetzung, daß sich die Extinktionen der Einzelkomponenten addieren, ergibt sich ein lineares Gleichungssystem:

$$E(\nu_1) = d \left[\varepsilon_1(\nu_1) C_1 + \varepsilon_2(\nu_1) C_2 + \ldots + \varepsilon_6(\nu_1) C_6\right]$$

$$E(\nu_2) = d \left[\varepsilon_1(\nu_2) C_1 + \varepsilon_2(\nu_2) C_2 + \ldots + \varepsilon_6(\nu_2) C_6\right]$$

$$\vdots$$

$$E(\nu_6) = d \left[\varepsilon_1(\nu_6) C_1 + \varepsilon_2(\nu_6) C_2 + \ldots + \varepsilon_6(\nu_6) C_6\right]$$

Die Mehrkomponentenanalyse geht dann in 3 Schritten vor sich:

1. Berechnung der Extinktionskoeffizienten der reinen Komponenten bei allen zur Analyse ausgewählten Meßwellenzahlen mit dem SOP 4.10 SPECIF.-ABS
2. Eingabe der zur Lösung des linearen Gleichungssystems berechneten Extinktionskoeffizienten mit dem SOP 4.20 MC-INPUT
3. Bestimmung der Konzentration der Komponenten des Probengemischs mit dem SOP 4.21 MULTICOMP

SOP 4.10 Berechnung der Extinktionskoeffizienten (SPECIF.-ABS)

Das SOP 4.10 beinhaltet die Messung der Extinktion jeder isoliert vorliegenden Komponente des zu analysierenden Gemischs an den Meßwellenzahlen und die anschließende Berechnung des Extinktionskoeffizienten ε für jede Wellenzahl:

$$\varepsilon = \frac{E}{C \cdot d}$$

Die Konzentration C (Wertebereich $10^{-8} \leq C \leq 10^{6}$) und die Schichtdicke d (Wertebereich $0{,}010 \leq d \leq 3000$) jeder Komponente müssen bekannt sein.

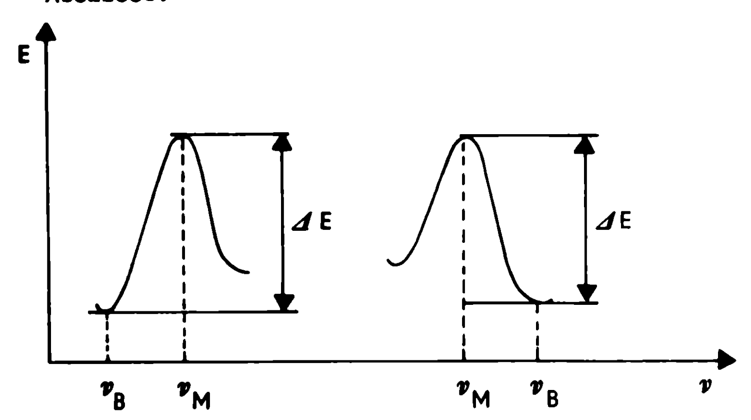
Die Extinktion jeder Komponente bei jeder Meßwellenzahl kann einmal oder zyklisch gemessen werden. Bei zyklischer Messung erfolgt intern eine Speicherung der Extinktionskoeffizienten E_{ij} mit abschließender Mittelwertbildung $\frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} \varepsilon_{ij}$ und Berechnung der dazu gehörenden Standardabweichung. Die Berechnung des Extinktionskoeffizienten erfolgt aus der gemessenen Extinktion E_C

$$E_C = E\,(\nu_M) - E_o\,(\nu_M)$$

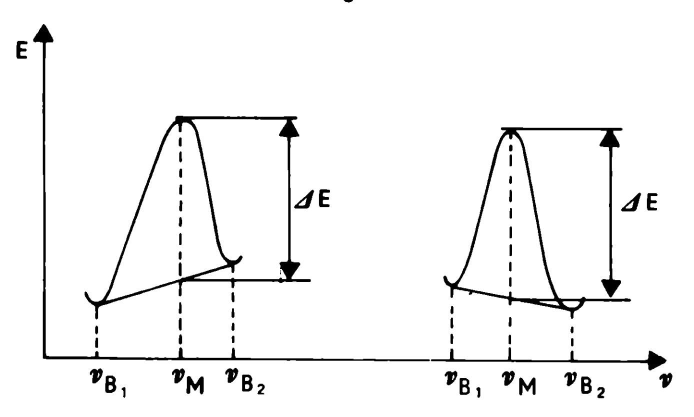
C = Konzentration
$E\,(\nu_M)$ = unkorrigierte Extinktion bei der Meßwellenzahl ν_M
$E_o(\nu_M)$ = Basisextinktion

Die Basisextinktion, d. h. der durch Absorption der Küvettenfenster, des Lösungs- oder Einbettungsmittels entstehende Spektrenuntergrund, kann durch drei verschiedene Untergrund- bzw. Basiskorrekturen eliminiert werden:

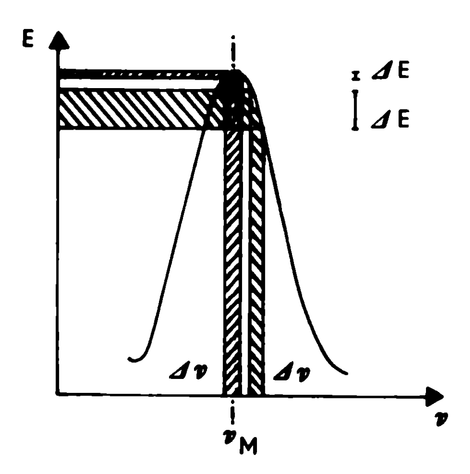
- Grundkorrektur oder AUTO ZERO-Korrektur an der Meßwellenzahl (Ein-Punkt-Korrektur)
- Zwei-Punkte-Korrektur zur Ermittlung der Extinktionsdifferenz ΔE zwischen Meßwellenzahl ν_M und einer Bezugswellenzahl ν_B. Die Basiskorrektur erfolgt parallel zur Abszisse:



- Drei-Punkte-Korrektur zwischen Meßwellenzahl ν_M und zwei Bezugswellenzahlen ν_{B1} und ν_{B2}.
  Die Basiskorrektur erfolgt linear:



Die Messung der Extinktion an einer ausgewählten Wellenzahl (Meßwellenzahl) hat gegenüber der registrierenden Meßweise den Vorteil, daß die gesamte Meßzeit für die Bildung des Meßwertes an der analytisch aussagefähigen Wellenzahl verfügbar ist. Durch die ausgezeichnete Langzeitreproduzierbarkeit der Wellenzahl und durch die hohe spektrale Auflösung des SPECORD wird auch bei schmalen Absorptionsbanden der Meßwert nicht verfälscht. Wichtig ist die sorgfältige und richtige Auswahl der zur Messung zu benutzenden Wellenzahl als Voraussetzung für die Güte des Meßergebnisses. Bekanntlich ist der Extinktionsfehler ΔE im Verhältnis zum Wellenzahlfehler $\Delta \nu$ größer, wenn die Absorptionsmessung auf der Flanke der Absorptionskurve und nicht im Bandenmaximum ν_M erfolgt:



Mit dem SPECORD kann die genaue Lage des Bandenmaximums durch Registrierung der Bande mit Meßwertausdruck erhalten werden. Dabei ist jedoch zu beachten, daß sich in Abhängigkeit von den gewählten Registrierparametern SLIT/spektrale Spaltbreite und EXP X ein kleinstmöglicher Meßpunktabstand ergibt. Diesem Abstand entspricht auf der Registrierung eine Abszissenlänge von 0,4 mm und je nach gewähltem Maßstab (EXP X) ergeben sich damit folgende kleinste Meßpunktabstände MP für zwei aufeinanderfolgende Meßwerte:

MP	8	4	2	0,8	0,4	0,2	0,1 cm^{-1}
EXP X	0,5	1	2	8	10	20	40 mm/100 cm^{-1}

(Vergleiche auch Tabelle 4 "Realisierte Meßpunktabstände ..." der Gebrauchsanleitung SPECORD M 80/M 85.) Das bedeutet, daß die durch den Extremwertausdruck gefundenen Banden je nach den verwendeten Meßparametern einem Rundungsfehler von einem halben Meßpunktabstand haben können.

SOP 4.20 Eingabe der Extinktionskoeffizienten (MC-INPUT)

Das SOP 4.20 beinhaltet die Eingabe der mit dem SOP 4.10 berechneten Extinktionskoeffizienten für eine nachfolgende Mehrkomponentenanalyse. Die Koeffizienten werden in Form einer Matrix gespeichert. Gleichzeitig wird die Untergrundkorrektur, die bei der Berechnung der Extinktionskoeffizienten zugrundegelegt worden ist, abgefragt und gespeichert.
Die eingegebenen Koeffizienten können nach der Eingabe mit dem Befehl (4.20) (WRITE) auf Magnetkarte geschrieben werden.

SOP 4.21 Mehrkomponentenanalyse (MULTICOMP)

Unter der Voraussetzung, daß eine gültige Koeffizienten-Matrix gespeichert ist, genügen der Aufruf des SOP 4.21 mit Eingabe der Schichtdicke der Probe und das Vorhandensein des beim SOP 4.10 verwendeten Meßprogramms im Programmspeicher, um die Analyse automatisch durchzuführen. Die Extinktionen des Komponentengemischs werden an allen Meßwellenzahlen gemessen und anschließend durch Lösung des linearen Gleichungssystems $E_j = d \sum \varepsilon_{ij} C_i$ die Konzentrationen der Komponenten berechnet.
Die Messung kann einmal erfolgen oder zyklisch mit Berechnung des Mittelwertes der Konzentration und dessen Standardabweichung.

3. Bedienung

3.1. Einsetzen der Kassette in das SPECORD

Der Kassettenaufnahmeschacht befindet sich an der linken Seitenwand des SPECORD unter dem Abdeckblech.

ACHTUNG!
Vor dem Einsetzen der Kassette ist das SPECORD auszuschalten!
Das Abdeckblech wird durch zwei Arretierungsstifte gesichert;

zum Abnehmen ist es hochzudrücken und nach vorn zu ziehen.

3.2. Wahl der Sonderprogramme

3.2.1. Allgemeines

1. Der Aufruf der Sonderprogramme erfolgt durch den Befehl (X.XX) (START) im Grundzustand des SPECORD. Nach diesem Befehl leuchtet die START-LED und es erfolgt eine Reihe von Abfragen bzw. Eingabeaufforderungen in einem Dialog über die Leuchtanzeige. Jede Antwort bzw. Eingabe ist durch Drücken der = -Taste zu übernehmen.
2. Sind während des Dialogs falsch gewählte Antworten und Eingaben übernommen worden, ist die Abfrage durch Drücken der STOP-Taste abzubrechen und das Kassetten-Sonderprogramm erneut aufzurufen.
3. Mit Verlöschen der START-LED ist das Sonderprogramm beendet.
4. Die in einem Sonderprogramm eingegebenen Zahlenwerte werden nach der Abarbeitung des SOP nicht in jedem Falle gelöscht. Sie erscheinen beim erneuten Aufruf des SOP in der Anzeige, können übernommen (Drücken der = -Taste) oder durch Eingabe anderer Zahlenwerte überschrieben werden.

3.2.2. SOP 4.00 Bestimmung der Schichtdicke (PATHLENGTH)

<u>Bemerkungen:</u>

1. Die Schichtdicke wird in der Maßeinheit cm bestimmt.
2. Die Intensität der Interferenzen nimmt mit abnehmender Wellenzahl und mit dem Reflexionsgrad des Küvettenmaterials zu.
3. Die Schichtdicke ist proportional der Anzahl der Interferenzen. Die Bestimmung von Schichtdicken $>$ 1 mm durch

Ausmessen des Interferenzen ist nicht mehr sinnvoll.

4. Zur Schichtdickenbestimmung sollten mindestens 10 Maxima registriert werden, da die Berechnung mit steigender Anzahl von Maxima genauer wird. Das heißt, je größer der Spektralbereich ist, über den gemessen und registriert wird, um so genauer wird die Schichtdicke bestimmt. Da die Messung mit größer werdendem Spektralbereich aber auch mehr Zeit beansprucht, ist ein vertretbarer Kompromiß herzustellen (siehe Pkt. 9.).

5. Bei der Wahl des Spektralbereiches ist darauf zu achten, daß möglichst keine Störungen im Untergrund, z. B. durch H_2O- und CO_2-Banden auftreten.

6. Die Auflösung darf nicht zu groß gewählt werden, da sich dann das Rauschen vergrößert und u. U. Rauschspitzen als Maxima ausgedruckt werden können, die das Meßergebnis verfälschen.

7. Zur Berechnung der Schichtdicke werden nur die ausgedruckten Maxima verwendet.

8. Die Wellenzahldifferenz zwischen den Maxima muß gleich sein.

9. Der zu vereinbarende Meßpunktabstand ist der Schichtdicke, die exakt bestimmt werden soll, anzupassen.
   Dazu wird folgendes Vorgehen empfohlen:

<u>Beipiel 1:</u>

Ermittlung der Parameter für eine exakte Bestimmung der Schichtdicke d einer 0,02-mm-Küvette:
Orientierend wird als Spektralbereichslänge $\nu_1 - \nu_2 =$ 1000 cm^{-1} zugrundegelegt:

$$d = \frac{N}{2\,(\bar{\nu}_1 - \bar{\nu}_2)}$$

$$0{,}002\ cm = \frac{N}{2000\ cm^{-1}}\ ; \quad N = 4$$

d. h. im Spektralbereich treten 4 Maxima auf, der Abstand zwischen den Maxima beträgt 250 cm^{-1}.

Als Meßpunktabstand ist etwa auf ein Zehntel der Wellenzahldifferenz zwischen den Maxima zu orientieren, d. h. SLIT und EXP X für das Meßprogramm sind so zu vereinbaren, daß sich als Meßpunktabstand 25 cm^{-1} ergibt. Da im SPECORD als größter Meßpunktabstand 8 cm^{-1} realisiert werden kann, muß die Vereinbarung SLIT = 12 und EXP X = 0,5 getroffen werden (siehe Gebrauchsanleitung SPECORD M 80/M 85, Tabelle 4).
Außerdem ist zur Steigerung der Genauigkeit für die Bestimmung der Schichtdicke die Spektralbereichslänge zu vergrößern, um die Anzahl der Interferenzen zu erhöhen.
Folgende Meßbedingungen werden empfohlen:

ν-START	2300
ν-STOP	500
SLIT	12
IT	1
SPEED	10
ZERO ADJ	100
EXP Y	80
EXP X	0,5

Beispiel 2:

Ermittlung der Parameter für eine exakte Bestimmung der Schichtdicke einer 0,5-mm-Küvette:

$$0{,}05\ cm = \frac{N}{2000\ cm^{-1}}\ ;\ N = 100$$

d. h. im Spektralbereich treten 100 Maxima auf, der Abstand zwischen den Maxima beträgt 10 cm^{-1}.
Entsprechend Beispiel 1 ergibt sich ein Meßpunktabstand von 0,8 cm^{-1} oder 1,2 cm^{-1} (siehe Gebrauchsanleitung SPECORD M 80/M 85, Tabelle 4). Die Länge des Spektralbereichs kann verkürzt werden.
Folgende Meßbedingungen werden empfohlen:

ν-START	1000
ν-STOP	700
SLIT	12
IT	3

SPEED	90
ZERO ADJ	90
EXP Y	40
EXP X	5

Beispiel 3:

Meßbedingungen für die exakte Bestimmung der Schichtdicke einer 1-mm-Küvette:

ν -START	800
ν -STOP	700
SLIT	0,8* (Spektrale Spaltbreite $\Delta\nu$)
IT	3
SPEED	90
ZERO ADJ	100
EXP Y	40
EXP X	5

Programmablauf:

- Das entsprechende Meßprogramm steht im Programmspeicher.
- Befehl (4.00) (START)
  Die Messung der Interferenzen beginnt. Nach Beendigung der Messung schließt sich automatisch die Bestimmung und der Ausdruck der Schichtdicke an.

3.2.3. SOP 4.10 Berechnung der Extinktionskoeffizienten (SPECIF.-ABS)

Bemerkungen

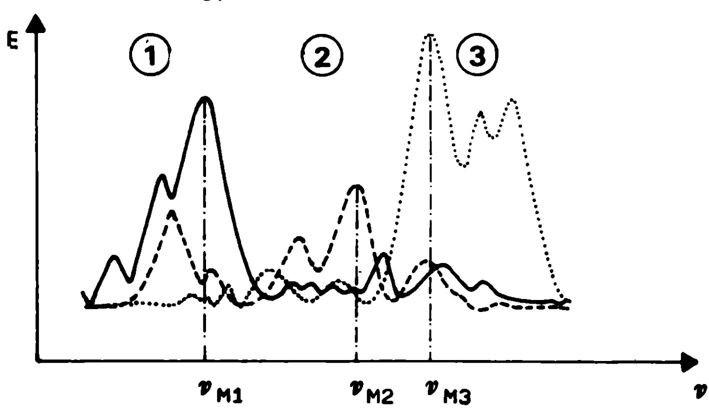
1. Das Meßprogramm muß im Programmspeicher stehen und aus so vielen Programmblöcken bestehen, wie das zu untersuchende Probengemisch Komponenten enthält.

   Beispiel:

   Ein Probengemisch besteht aus den Komponenten 1, 2 und 3; die Konzentration der Komponenten soll bestimmt werden.

Von jeder isoliert vorliegengenden Komponente ist ein Extinktionsspektrum zu messen, wobei alle 3 Spektren auf einem Registrierblatt übereinander zu registrieren sind.

- Für jede der Komponenten ist eine Meßwellenzahl ν_M auszuwählen, bei der die Extinktionskurve durch die Kurven der anderen Komponenten am wenigsten beeinflußt ist (vergleiche Abbildung).



- Die 3 Meßwellenzahlen sind in 3 Programmblöcken zu einem Meßprogramm zusammenzufassen, wobei die Wellenzahlen stets der Größe nach einzugeben sind:
  Größte Wellenzahl in Block 1 (Komponente 1),
  mittlere Wellenzahl in Block 2 (Komponente 2),
  kleinste Wellenzahl in Block 3 (Komponente 3).
  Die Extinktion jeder Komponente wird an allen 3 Meßwellenzahlen gemessen, so daß für jede Komponente 3 Extinktionskoeffizienten berechnet werden.

2. Eventuelle Ordinatenvereinbarung % T im Meßprogramm wird ignoriert.

3. Bei zyklischer Messung wird aus programmorganisatorischen Gründen die CYCLE-Taste während des Ablaufes des SOP 4.10 automatisch ausgeschaltet und nach Beendigung des Sonderprogramms wieder eingeschaltet.
   Als Ergebnis der Messung werden der Mittelwert des Extinktionskoeffizienten und dessen Standardabweichung

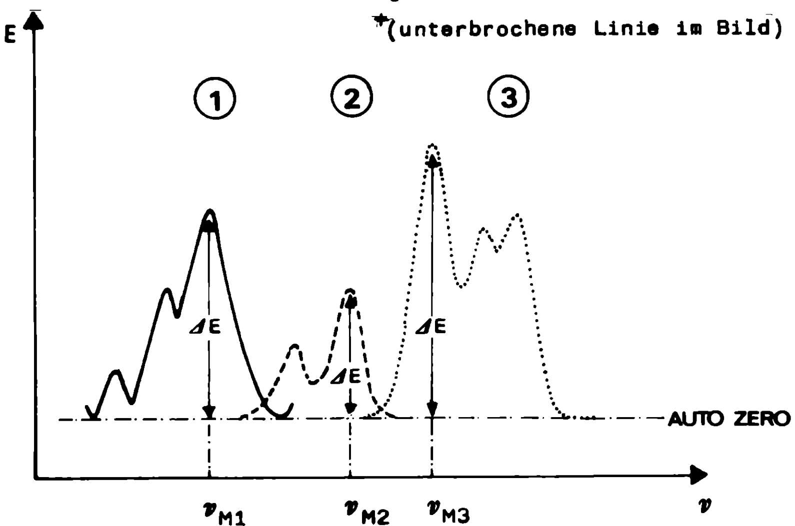
ausgedruckt.
Wird vor Aufruf des Sonderprogramms die XY-Drucker-Taste eingeschaltet, wird der in jedem Einzelzyklus berechnete Extinktionskoeffizient ausgedruckt. Die XY-Drucker-Taste wird wie die CYCLE-Taste während der Messung ausgeschaltet.

4. Es wird empfohlen, die Extinktion zur Berechnung der Extinktionskoeffizienten mit IT = 10 s und Zykluszahl 10 zu messen, um statistische Fehler auszuschalten.

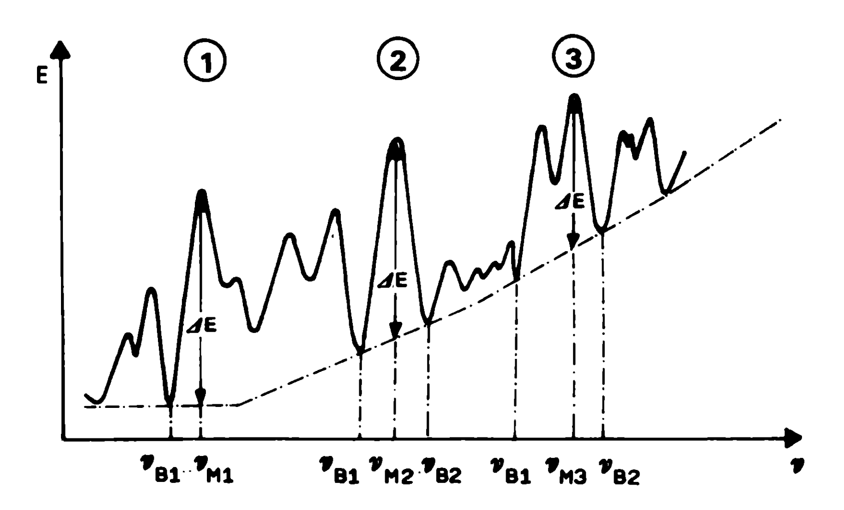
5. Die Basiskorrektur kann für jede Meßwellenzahl vereinbart werden und gilt dann für alle Komponenten:

   - Bei parallel zur Abszisse verlaufender Basisextinktion, z.B. Untergrund durch Lösungsmittel⁺ ist die AUTO ZERO-Korrektur durchzuführen. Die Korrekturwerte sind wie in der Gebrauchsanleitung SPECORD M 80/M 85, Abschnitt 4.6.3.1. beschrieben, aufzunehmen. (Im Probenraum befindet sich dabei die Küvette mit dem Lösungsmittel für die Probe.) Nach der Aufnahme der AUTO ZERO-Korrekturwerte muß die AUTO ZERO-Taste eingeschaltet bleiben; dann ist das SOP aufzurufen und bei Abfrage der Basiskorrektur die Ziffer 0 einzugeben.

⁺(unterbrochene Linie im Bild)



- Verläuft der Untergrund nicht parallel zur Abszisse (unterbrochene Linie im Bild), kann für jede Meßwellenzahl eine Zwei- oder eine Drei-Punkte-Korrektur vereinbart werden.



Bei Vereinbarung der Drei-Punkte-Korrektur als Basiskorrektur für eine Meßwellenzahl muß die Meßwellenzahl $\bar{\nu}_M$ zwischen den Bezugswellenzahlen $\bar{\nu}_{B1}$ und $\bar{\nu}_{B2}$ liegen und $\bar{\nu}_{B1} > \bar{\nu}_{B2}$ sein.

6. Die Eingabe der Konzentration der reinen Komponenten im Wertebereich $10^{-8} \leqq c \leqq 10^{6}$ erfolgt in Exponentendarstellung. Nach Eingabe einer 4stelligen Zahl (Mantisse) kann, falls es notwendig ist, ein einstelliger Exponent eingegeben werden. In der Leuchtanzeige erscheint das Symbol "E" für Exponent. Die Eingabe eines negativen Exponenten geschieht durch Drücken der Dezimalpunkt-Taste vor Eingabe des entsprechenden Exponenten. So kann z. B. der Konzentrationswert 0,025 als solcher oder in Exponentendarstellung 25,00 E - 3 ($\hat{=}$ 25 . 10^{-3}) bzw. 2,500 E - 2 bzw. 0,250 E - 1 eingegeben werden.

7. Die Küvettenschichtdicke kann in cm oder in mm eingegeben werden.

8. Die Aufnahme der AUTO ZERO-Korrekturwerte und die Extinktionsmessung der Komponenten sollte mit der gleichen Küvette erfolgen.

Programmablauf:

Beispiel 1:

Zur quantitativen Analyse eines aus 2 Komponenten bestehenden Gemisches sind die Extinktionskoeffizienten beider Komponenten zu bestimmen. Die Basiskorrektur soll mit AUTO ZERO-Korrekturwerten erfolgen.
Die Aufnahme der AUTO ZERO-Korrekturwerte ist abgeschlossen. Die AUTO ZERO-LED leuchtet. Im Probenraum befindet sich die Küvette mit der Komponente 1.

Befehl	Leuchtanzeige	Bedeutung
1. (4.10) (START	n =	Komponentennummer 1 eingeben
2. (1) (=)	CI =	Konzentration der Komponente 1 eingeben
3. (X) (=)	d =	Schichtdicke der Küvette eingeben
4. (X) (=)	–	Basiskorrektur vereinbaren (AUTO ZERO-Korrektur)
5. (O) (=) (=)		

Die Messung der Extinktion mit nachfolgender Berechnung und Ausdruck der Extinktionskoeffizienten für Komponente 1 erfolgt.

Nach Beendigung des Sonderprogramms ist die Komponente 2 in den Probenraum zu setzen.

6. (4.10) (START)	n =	Komponentennummer 2 eingeben
7. (2) (=)	C2 =	Konzentration der Komponente 2 eingeben
8. (X) (=)	d =	Schichtdicke der Küvette eingeben
9. (X) (=)	-	Basiskorrektur vereinbaren (AUTO ZERO-Korrektur)

10. (0) (=) (=)
    Die Messung der Extinktion mit nachfolgender Berechnung und Ausdruck der Extinktionskoeffizienten für Komponente 2 erfolgt.

<u>Beispiel 2:</u>

Zur quantitativen Analyse eines 3-Komponenten-Gemischs sind die Extinktionskoeffizienten der 3 Komponenten zu bestimmen. Als Basiskorrektur soll an der 1. Meßwellenzahl eine Zwei-Punkte-Korrektur und an der 2. und 3. Meßwellenzahl jeweils eine Drei-Punkte-Korrektur erfolgen.
Im Probenraum befindet sich die Küvette mit der Komponente 1.

Befehl	Leuchtanzeige	Bedeutung
1. (4.10) (START)	n =	Komponentennummer 1 eingeben
2. (1) (=)	C1 =	Konzentration der Komponente 1 eingeben
3. (X) (=)	d =	Schichtdicke der Küvette eingeben
4. (X) (=)	-	Basiskorrektur für 1. Meßwellenzahl vereinbaren
5. (ν_B)(=)(0)(=)		Basiskorrektur für 2. Meßwellenzahl vereinbaren

6. $(\nu_{B1})(=)(\nu_{B2})(=)$		Basiskorrektur für 3. Meßwellenzahl vereinbaren
7. $(\nu_{B1})(=)(\nu_{B2})(=)(=)$		

Die Messung der Extinktion mit nachfolgender Berechnung und Ausdruck der Extinktionskoeffizienten für Komponente 1 erfolgt.

Nach Beendigung des Sonderprogramms ist die Komponente 2 in den Probenraum zu setzen.

8. (4.10)(START)	n =	Komponentennummer 2 eingeben
9. (2) (=)	C2 =	Konzentration der Komponente 2 eingeben
10.(X) (=)	d =	Schichtdicke der Küvette eingeben
11.(X) (=)	-	Basiskorrektur für 1. Meßwellenzahl vereinbaren

12.Bedienschritte 5. - 7. wiederholen!

Die Messung der Extinktion mit nachfolgender Berechnung und Ausdruck der Extinktionskoeffizienten für Komponente 2 erfolgt.

Komponente 3 in den Probenraum setzen!

13. (4.10)(START)	n =	Komponentennummer 3 eingeben
14. (3) (=)	C3 =	Konzentration der Komponente 3 eingeben
15. (X) (=)	d =	Schichtdicke der Küvette eingeben
16. (X) (=)	—	Basiskorrektur für 1. Meßwellenzahl vereinbaren

17. Bedienschritte 5. - 7. wiederholen!

    Die Messung der Extinktion mit nachfolgender Berechnung und Ausdruck der Extinktionskoeffizienten für Komponente 3 erfolgt.

3.2.4. SOP 4.20 Eingabe der Extinktionskoeffizienten (MC-INPUT)

Programmablauf:

Beispiel: Zur quantitativen Untersuchung eines 2-Komponenten-Gemisches sind für Komponente 1 und 2 die Extinktionskoeffizienten an den zwei Meßwellenzahlen ermittelt worden. Bei der Ermittlung war als Basiskorrektur die AUTO ZERO-Korrektur verwendet worden.
Die 4 Koeffizienten und die verwendete Basiskorrektur sollen mittels SOP 4.20 eingegeben werden.

Befehl	Leuchtanzeige	Bedeutung
1. (4.20) (START)	Pn =	Nummer des Meßprogramms, mit dem die Extinktionskoeffizienten ermittelt worden sind, eingeben
2. (X) (=)	n =	Anzahl der Komponenten eingeben
3. (2) (=)	11	Extinktionskoeffizient für Komponente 1 bei der 1. Meßwellenzahl eingeben
4. (X) (=)	21	Extinktionskoeffizient für Komponente 1 bei der 2. Meßwellenzahl eingeben
5. (X) (=)	12	Extinktionskoeffizient für Komponente 2 bei der 1. Meßwellenzahl eingeben

6. (X) (=)	22	Extinktionskoeffizient für Komponente 2 bei der 2. Meßwellenzahl eingeben
7. (X) (=)	–	Basiskorrektur eingeben
8. (O) (=) (=)		

Mit dem Befehl (4.20) (WRITE) können die Koeffizienten jetzt auf Magnetkarte geschrieben werden.,Damit entfällt für eine sich nicht unmittelbar anschließende Mehrkomponentenanalyse der gleichen Komponenten die Eingabe der Extinktionskoeffizienten mittels SOP 4.20; die Eingabe geschieht dann einfach durch Einlesen der Daten von der Karte durch den Befehl (4.20) (READ).

3.2.5. SOP 4.21 Mehrkomponentenanalyse (MULTICOMP)

Bemerkungen:

1. Die gültige Koeffizienten-Matrix muß im SPECORD gespeichert sein.
2. Das Meßprogramm, das bei der Ermittlung der Extinktionskoeffizienten verwendet und dessen Programmnummer bei der Eingabe der Koeffizienten mit eingegeben worden ist, muß im Programmspeicher stehen.
3. Die Schichtdicke kann in cm oder in mm eingegeben werden.

Programmablauf:

Befehl.	Leuchtanzeige	Bedeutung
1. (4.21) (START)	d =	Schichtdicke der Küvette eingeben
2. (X) (=)		

Die Messung der Extinktion an den Meßwellenzahlen unter Berücksichtigung der in der Koeffizienten-Matrix vereinbarten Basiskorrektur und die Berechnung der Konzentrationen der Komponenten des Probengemisches erfolgt.

4. Fehlerliste

<table>
<tr><td>E 120</td><td>Programmblockzahl > 1</td><td rowspan="4">SOP 4.00</td></tr>
<tr><td>E 121</td><td>Schreiber ausgeschaltet</td></tr>
<tr><td>E 122</td><td>Keine Wellenzahlregistrierung vereinbart</td></tr>
<tr><td>E 123</td><td>Kein Maximum gefunden</td></tr>
<tr><td>E 125</td><td colspan="2">Nummer des im Programmspeicher stehenden Meßprogramms nicht mit der im Sonderprogramm vereinbarten identisch</td></tr>
<tr><td>E 126</td><td colspan="2">Blockzahl ungleich Komponentenzahl</td></tr>
<tr><td>E 127</td><td colspan="2">Keine AUTO ZERO- oder 100-%-T-Korrektur vorhanden</td></tr>
<tr><td>E 128</td><td colspan="2">Daten unvollständig</td></tr>
<tr><td>E 129</td><td colspan="2">Wellenzahlen zur Basiskorrektur nicht geordnet eingegeben</td></tr>
<tr><td>E 130</td><td colspan="2">Determinante = 0, neue Extinktionskoeffizienten messen!</td></tr>
</table>



Kombinat
VEB Carl Zeiss JENA
DDR-6900 Jena, Carl-Zeiss-Str.1
Telefon: 830, Telex: 5886122

Druckschriften-Nr.:
32-G342/23-1

M(p)G-7 205/85 500
IV 1 18 653 1796